

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

PCT/JP03/02362

03.04.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 4月19日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-117578

[ST.10/C]:

[JP 2002-117578]

出 願 人

Applicant(s):

三菱マテリアル株式会社

REC'D 05 JUN 2003

WIPO

PCT

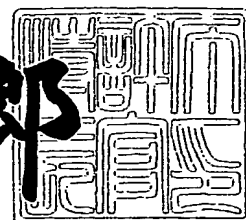
BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月13日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3035914

【書類名】 特許願
【整理番号】 P5847
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 B23B 27/14
C04B 35/58
C22C 29/16

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県那珂郡那珂町向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリア
ル株式会社 総合研究所那珂研究センター内

【氏名】 田嶋 逸郎

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県那珂郡那珂町向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリア
ル株式会社 総合研究所那珂研究センター内

【氏名】 関 直方

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県那珂郡那珂町向山 1 0 0 2 - 1 4 三菱マテリア
ル株式会社 総合研究所那珂研究センター内

【氏名】 山本 和男

【特許出願人】

【識別番号】 000006264

【氏名又は名称】 三菱マテリアル株式会社

【代理人】

【識別番号】 100076679

【弁理士】

【氏名又は名称】 富田 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100094824

【弁理士】

【氏名又は名称】 鴨井 久太郎

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2001-308414

【出願日】 平成13年10月 4日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 009173

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9708620

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐チップング性のすぐれた立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料
製切削チップ

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 走査型電子顕微鏡による組織観察で、実質的に連続結合相、
硬質分散相、および前記連続結合相と硬質分散相の間に介在する中間密着相の 3
相組織を示し、かつ質量%で、

上記連続結合相形成成分として、

窒化チタン、炭窒化チタン、および炭化チタンのうちの 2 種以上、または炭窒
化チタン：15～56%、

上記中間密着相形成成分として、

Ti と Al の複合窒化物：2～10%、

炭化タングステン：2～10%、

上記硬質分散相形成成分として、

立方晶窒化ほう素：残り（ただし、40～65%含有）、

からなる配合組成を有するプレス成形体の焼結体である立方晶窒化ほう素基超高
圧焼結材料で構成したことを特徴とする耐チップング性のすぐれた立方晶窒化ほ
う素基超高压焼結材料製切削チップ。

【請求項 2】 切削チップ表面に、チップ使用前後識別層として 0.5～5
μm の平均層厚を有する窒化チタン層を蒸着形成してなる上記請求項 1 に記載の
耐チップング性のすぐれた立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料製切削チップ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、例えば高硬度焼き入れ鋼などの難削材の仕上げ切削などを高速で
行った場合にもすぐれた耐チップング性を発揮する立方晶窒化ほう素基超高压焼
結材料製切削チップ（以下、c-BN 基焼結切削チップという）に関するもので
ある。

【0002】

【従来の技術】

従来、一般に、 $c-BN$ 基焼結切削チップとして、例えば特開昭53-77811号公報に記載されるように、走査型電子顕微鏡による組織観察で、実質的に連続結合相および硬質分散相の2相組織を示し、かつ質量%で、上記連続結合相形成成分として、

窒化チタン（以下、 TiN で示す）、炭窒化チタン（以下、 $TiCN$ で示す）、および炭化チタン（以下、 TiC で示す）のうちの1種または2種以上：20～45%、

上記硬質分散相形成成分として、

立方晶窒化ほう素（以下、 $c-BN$ で示す）：残り、
からなる配合組成を有するプレス成形体の焼結体である立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料（以下、 $c-BN$ 基材料という）で構成された $c-BN$ 基焼結切削チップが知られており、これが例えば各種の鋼や鋳鉄などの表面仕上げ切削などに用いられていることも知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

一方、近年の切削装置の高性能化および高出力化はめざましく、また切削加工の省力化および省エネ化に対する要求も強く、これに伴い、切削加工は高速化の傾向にあるが、上記の従来 $c-BN$ 基焼結切削チップはじめ、その他の $c-BN$ 基焼結切削チップにおいては、例えば高硬度焼き入れ鋼などの難削材の仕上げ切削などを高速で行うのに用いると、連続結合相を構成する実質的に $TiCN$ 相に対する硬質分散相である $c-BN$ 相の密着性不足のために前記 $c-BN$ 相が剥離し易くなり、この結果切刃にチッピング（微小欠け）が発生するようになることから、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

【0004】

【課題を解決するための手段】

そこで、本発明者等は、上述のような観点から、耐チッピング性のすぐれた $c-BN$ 基焼結切削チップを開発すべく、研究を行った結果、

$c-BN$ 基焼結切削チップの製造に際して、原料粉末として用いられている c

—BN粉末と、TiN粉末、TiCN粉末、およびTiCN粉末に加えて、さらにTiとAlの複合窒化物〔以下、(Ti, Al)Nで示す〕粉末と炭化タングステン（以下、WCで示す）粉末を原料粉末として用い、これらを、質量%（以下、%は質量%を示す）で、

TiN、TiCN、およびTiCのうちの2種以上、またはTiCN：15～56%、

(Ti, Al)N：2～10%、

WC：2～10%、

c-BN：残り（ただし、40～65%含有）、

からなる配合組成に配合し、混合して形成したプレス成形体を超高压焼結すると、これら構成成分のうちの(Ti, Al)N粉末とWC粉末が、焼結時に優先的にc-BN粉末の表面に凝集し、反応して反応生成物を形成し、焼結後のc-BN基材料において、前記反応生成物が実質的にTiCN相からなる連続結合相とc-BN相からなる硬質分散相の間に介在するようになり、しかもこの反応生成物は、連続結合相を構成する前記TiCN相、さらに硬質分散相を構成する前記c-BN相のいずれともきわめて強固に密着し、中間密着相として作用することから、このc-BN基材料で構成されたc-BN基焼結切削チップは、例えば高硬度焼き入れ鋼などの難削材の仕上げ切削などを高速で行うのに用いても、切刃にc-BN相の密着性不足が原因のチッピングの発生がなく、すぐれた切削性能を長期に亘って発揮するという研究結果を得たのである。

【0005】

この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、走査型電子顕微鏡による組織観察で、実質的に連続結合相、硬質分散相、および前記連続結合相と硬質分散相の間に介在する中間密着相の3相組織を示し、

上記連続結合相形成成分として、

TiN、TiCN、およびTiCのうちの2種以上、またはTiCN：15～56%、

上記中間密着相形成成分として、

(Ti, Al)N：2～10%、

WC : 2 ~ 1 0 %、

上記硬質分散相形成成分として、

c - BN : 残り (ただし、4 0 ~ 6 5 % 含有)、

からなる配合組成を有するプレス成形体の焼結体である c - BN 基材料で構成してなる、耐チップング性のすぐれた c - BN 基焼結切削チップに特徴を有するものである。

【 0 0 0 6 】

つぎに、この発明の c - BN 基焼結切削チップにおいて、これを構成する c - BN 基材料の配合組成を上記の通りに限定した理由を説明する。

(a) TiN、TiCN、および TiC

これらの成分には、焼結性を向上させると共に、実質的に TiCN 相からなる連続結合相を形成して強度を向上させる作用があるが、その配合割合が 1 5 % 未満では所望の強度を確保することができず、一方その配合割合が 5 6 % を越えると耐摩耗性が急激に低下するようになることから、その配合割合を 1 5 ~ 5 6 % と定めた。望ましくは 3 0 ~ 5 0 % とするのがよい。

【 0 0 0 7 】

(b) (Ti, Al) N および WC

上記の通り、これらの成分は、焼結時に優先的に c - BN 粉末の表面に凝集し、反応して反応生成物を形成し、焼結後の c - BN 基材料で、前記連続結合相の TiCN 相と、前記硬質分散相の c - BN 相の間に介在するようになる。しかもこの反応生成物は、前記連続結合相の TiCN 相と、前記硬質分散相の c - BN 相のいずれとも強固に密着接合する性質をもつことから、前記 c - BN 相の連続結合相である TiCN 相に対する密着性が著しく向上し、この結果切削の耐チップング性が向上するようになるが、これら成分のうちのいずれの成分の配合割合が上記の範囲から外れても、中間密着相として前記硬質分散相と連続結合相の間に強固な密着性を確保することができず、したがって、(Ti, Al) N および WC の上記の配合割合は強固な密着性を確保する上で経験的に定めたものである。望ましくはいずれもそれぞれ 3 ~ 8 % とするのがよい。

【 0 0 0 8 】

(c) c-BN

硬質分散相を構成する c-BN は、きわめて硬質で、これによって耐摩耗性の向上が図られるが、その配合割合が 40% 未満では所望のすぐれた耐摩耗性を確保することができず、一方その配合割合が 65% を越えると、c-BN 基材料自体の焼結性が低下し、この結果切削にチッピングが発生し易くなることから、その割合を 44~65% と定めた。望ましくは 45~60% とするのがよい。

なお、上記のこの発明の c-BN 基焼結切削チップには、その表面に切削チップ使用前後識別層として、黄金色の色調を有する窒化チタン（以下、TiN で示す）層を蒸着形成してもよく、この場合の蒸着層厚は、平均層厚が 0.5 μm 未満では識別に十分な黄金色の色調を付与することができず、一方識別は 5 μm までの平均層厚で十分であることから、0.5~5 μm の平均層厚とすればよい。

【0009】

【発明の実施の形態】

つぎに、この発明の c-BN 基焼結切削チップを実施例により具体的に説明する。

原料粉末として、いずれも 0.5~2 μm の範囲内の所定の平均粒径を有する、連続結合相形成用としての TiN 粉末および TiCN 粉末、さらに TiC 粉末、中間密着相形成用としての WC 粉末、そして (Ti, Al) N 粉末である ($\text{Ti}_{0.65}\text{Al}_{0.35}$) N 粉末、($\text{Ti}_{0.50}\text{Al}_{0.50}$) N 粉末、および ($\text{Ti}_{0.35}\text{Al}_{0.65}$) N 粉末（いずれも組成式内の数字は原子比を示す）、さらに硬質分散相形成用としての c-BN 粉末を用意し、これら原料粉末を表 1, 2 に示される配合組成に配合し、ボールミルで 72 時間湿式混合し、乾燥した後、100 MPa の圧力で直径：50 mm×厚さ：1.5 mm の寸法をもった成形体にプレス成形し、この成形体を圧力：1 Pa の真空雰囲気中、900~1300℃ の範囲内の所定の温度に 1 時間保持の条件で予備焼結し、ついでこれを別途用意した直径：50 mm×厚さ：2 mm の寸法をもった超硬合金チップ（組成：WC-8%Co）と重ね合わせた状態で超高圧焼結装置に装入し、1200~1400℃ の範囲内の所定温度に 5 GPa の圧力下で 30 分保持の条件で焼結し、焼結後上下面をダイヤモンド砥石を用いて研削し、アーク放電によるワイヤカットで寸法調製するこ

とにより前記超硬合金で裏打された本発明 c-BN 基焼結切削チップ（以下、本発明切削チップと云う）1～12 および比較 c-BN 基焼結切削チップ（以下、比較切削チップと云う）1～12 をそれぞれ製造した。

なお、比較切削チップ 1～12 は、いずれも中間密着相形成成分である（Ti，Al）N 粉末および WC 粉末のうちのいずれかの配合割合がこの発明の範囲から外れた配合組成をもつものである。

また、本発明切削チップ 11 および比較切削チップ 11 について、これをアセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、通常のアークイオンプレーティング装置内に装着し、カソード電極（蒸発源）として金属 Ti を装着し、まず装置内を排気して 0.5 Pa 以下の真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を 500℃ に加熱した後、前記切削チップに -1000 V の直流バイアス電圧を印加し、一方カソード電極の前記金属 Ti とアノード電極との間には 100 A の電流を流してアーク放電を発生させ、もって前記切削チップ表面を Ti ボンバート洗浄し、ついで装置内に反応ガスとして窒素ガスを導入して 5 Pa の反応雰囲気とすると共に、前記前記切削チップに -100 V の直流バイアス電圧を印加し、一方カソード電極とアノード電極との間には 100 A の電流を流してアーク放電を発生させ、もって前記本発明切削チップ 11 および比較切削チップ 11 の表面に、いずれも 1.5 μm の平均層厚で、黄金色の色調を有する TiN 層を蒸着形成した。

【0010】

この結果得られた各種の切削チップを構成するそれぞれの c-BN 基材料について、その組織を走査型電子顕微鏡を用いて観察したところ、いずれの切削チップも、実質的に連続結合相、硬質分散相、および前記連続結合相と硬質分散相の間に介在する中間密着相からなる 3 相組織を示した。

【0011】

さらに、これらの切削チップを、超硬合金本体（組成：WC-10%Co）の切刃先端部に形成した切り込み段部にろう付けすることにより JIS・TNMA 160408 に規定する形状をもったスローアウェイ型切削工具とし、本発明切削チップ 1～4 および比較切削チップ 1～4 については、

被削材：浸炭焼き入れ鋼（JIS・SCM415、硬さ：HRC62）の丸棒

切削速度：350 m/min、

切り込み：0.15 mm、

送り：0.1 mm/rev、

切削時間：30分、

の条件での難削材の乾式高速連続旋削切削試験、また本発明切削チップ5～8および比較切削チップ5～8については、

被削材：浸炭焼き入れ鋼（JIS・SCM415、硬さ：HRC62）の長さ方向等間隔4本縦溝入り丸棒、

切削速度：300 m/min、

切り込み：0.15 mm、

送り：0.2 mm/rev、

切削時間：60分、

の条件での難削材の乾式高速断続表面仕上げ切削試験、さらに本発明切削チップ9～12および比較切削チップ9～12については、

被削材：球状黒鉛鋳鉄（JIS・FCD70）、

切削速度：450 m/min、

切り込み：0.15 mm、

送り：0.2 mm/rev、

切削時間：30分、

の条件での難削材の乾式高速連続表面仕上げ切削試験を行い、いずれの切削試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果を表1，2に示した。

また、上記の切削チップ表面に、切削チップ使用前後識別層として黄金色の色調を有するTiN層を蒸着形成したものについて、上記の切削試験後の表面を観察したところ、切刃部のすくい面と逃げ面の切粉当接部、並びにすくい面と逃げ面の交わる切刃稜線部における前記TiN層が摩滅し、前記TiN層摩滅部分には切削チップ素地のもつ灰色の色調が露呈しており、これらの前記TiN層摩滅部分以外の部分の黄金色と前記切削チップ素地の灰色のコントラストから使用前後の識別を容易に行なうことができた。

【0012】

【表1】

種 別	配 合 組 成 (質量%)								逃げ面摩耗幅 (mm)
	TiN	TiCN	TiC	(Ti _{0.65} Al _{0.35})N	(Ti _{0.50} Al _{0.50})N	(Ti _{0.35} Al _{0.65})N	WC	c-BN	
1	16	30	—	2	—	—	2	残(50)	0.24
2	20	—	17	2	4	—	3	残(54)	0.24
3	—	43	—	—	2	2	5	残(48)	0.22
4	—	30	15	—	8	—	7	残(40)	0.20
5	6	18	5	—	—	7	8	残(56)	0.25
6	18	8	—	3	—	5	8	残(58)	0.24
7	—	22	6	1	1	2	8	残(60)	0.20
8	10	—	8	2	3	2	10	残(65)	0.20
9	16	16	—	3	—	4	6	残(55)	0.23
10	14	—	13	—	2	3	6	残(62)	0.20
11	10	17	10	—	—	7	4	残(52)	0.18
12	22	—	22	2	2	2	7	残(43)	0.18

本発明切削チップ

【0013】

【表2】

種 別	配 合 組 成 (質量%)								切削試験結果
	TiN	TiCN	TiC	(Ti _{0.65} Al _{0.35})N	(Ti _{0.60} Al _{0.40})N	(Ti _{0.35} Al _{0.65})N	WC	c-BN	
比較切削チップ	1 16	31	—	1※	—	—	2	残(50)	2分で使用寿命
	2 21.5	—	18	2	4	—	0.5※	残(54)	8分で使用寿命
	3 —	36	—	—	7※	4※	5	残(48)	9分で使用寿命
	4 —	30	10	—	8	—	12※	残(40)	8分で使用寿命
	5 9	18	8.5	—	—	0.5※	8	残(56)	2分で使用寿命
	6 18	14.5	—	3	—	5	1.5※	残(58)	1分で使用寿命
	7 —	18	2	4※	2※	6※	8	残(60)	1分で使用寿命
	8 10	—	7	2	3	2	11※	残(65)	4分で使用寿命
	9 19	19	—	0.5※	—	0.5※	6	残(55)	8分で使用寿命
	10 11	—	10	—	6※	5※	6	残(62)	12分で使用寿命
	11 10	20	10	—	—	7	1※	残(52)	10分で使用寿命
	12 20	—	19	2	2	2	12※	残(43)	15分で使用寿命

(表中、※印は本発明範囲外を示し、使用寿命は切削に発生したチッピングが原因を示す)

【 0 0 1 4 】

【発明の効果】

表 1, 2 に示される結果から、本発明切削チップ 1 ~ 1 2 は、いずれも難削材である浸炭焼き入れ鋼の旋削や表面仕上げ切削を高速で行っても切刃にチッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を示し、すぐれた切削性能を長期に亘って発揮するのに対して、比較切削チップ 1 ~ 1 2 に見られるように、中間密着相形成成分である $Ti-Al$ 化合物粉末および WC 粉末のうちのいずれかの配合割合がこの発明の範囲から外れても切刃にチッピングが発生し、これが原因で比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

上述のように、この発明の $c-BN$ 基焼結切削チップは、硬質分散相を構成する $c-BN$ 相が中間密着相の介在によって実質的に連続結合相を構成する $TiCN$ 相にきわめて強固に密着し、通常の条件での切削加工は勿論のこと、上記の通り高硬度焼き入れ鋼などの難削材の高速切削や高速表面仕上げ切削でもすぐれた耐チッピング性を発揮するものであるから、切削装置の高性能化および高出力化、さらに切削加工の省力化および省エネ化にも十分満足に対応できるものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 耐チップング性のすぐれた立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料製切削チップを提供する。

【解決手段】 立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料製切削チップを、走査型電子顕微鏡による組織観察で、実質的に連続結合相、硬質分散相、および前記連続結合相と硬質分散相の間に介在する中間密着相の3相組織を示し、かつ質量%で、上記連続結合相形成成分として、窒化チタン、炭窒化チタン、および炭化チタンのうちの2種以上、または炭窒化チタン：15～56%、上記中間密着相形成成分として、TiとAlの複合窒化物：2～10%、炭化タングステン：2～10%、上記硬質分散相形成成分として、立方晶窒化ほう素：残り（ただし、40～65%含有）、からなる配合組成を有するプレス成形体の焼結体である立方晶窒化ほう素基超高压焼結材料で構成する。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-117578
受付番号	50200574510
書類名	特許願
担当官	第三担当上席 0092
作成日	平成14年 5月 7日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 4月19日
【特許出願人】	
【識別番号】	000006264
【住所又は居所】	東京都千代田区大手町1丁目5番1号
【氏名又は名称】	三菱マテリアル株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100076679
【住所又は居所】	東京都千代田区神田錦町一丁目23番地 宗保第 二ビル5階 富田特許事務所
【氏名又は名称】	富田 和夫
【選任した代理人】	
【識別番号】	100094824
【住所又は居所】	東京都千代田区神田錦町一丁目23番地 宗保第 二ビル5階 富田特許事務所
【氏名又は名称】	嶋井 久太郎

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006264]

1. 変更年月日 1992年 4月10日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
氏 名 三菱マテリアル株式会社